

ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ «ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ» (№ 12 за 1997 год, №№1-3 за 1998 год)

Ю.М. Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19

В указанных номерах по разделу «Анализ веществ» опубликовано 25 статей, распределение их по методам приведено ниже.

1. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Титриметрический анализ.

«Ускоренное определение тетраэтилсвинца в бензинах», *Е.И. Додин, Л.А. Григорьева. №2, с. 14-15.*

Разработан ускоренный метод определения ТЭС в бензинах, заключающийся в фотохимической минерализации ТЭС в присутствии HCl, переводе продуктов фотолиза в раствор и последующим комплексонометрическим определением свинца.

2. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Электрохимические методы анализа

2.1.1. Потенциометрический анализ

«Анализ основного состава твердых растворов теллуридов кадмия и ртути методом потенциометрического титрования», *Б.М. Марьянов, С.В. Шумар. № 1, с. 12-14.*

Разработан простой и экспрессный метод анализа основного состава сплавов теллуридов кадмия и ртути, основанный на потенциометрическом титровании компонентов сплава диэтилдитиокарбаматом натрия с использованием Cd(Hg)-халькогенидного или стеклоглеродного индикаторного электрода.

2.1.2. Кулонометрический анализ

«Кулонометрический анализ органических соединений (обзор)», *И.Ф. Абдуллин, Г.К. Будников.*

Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.
Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.
Автор свыше 400 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.

№ 1, с. 1-12.

Рассмотрены способы электрогенерации различных кулонометрических титрантов, окислительно-восстановительные и другие их свойства. Показано применение этих титрантов для определения органических соединений различных классов в неводных и смешанных растворителях.

2.1.3. Вольтамперометрический анализ

«Вольтамперометрический метод определения меди в растворе совмещенного активирования печатных плат», *В.Н. Кирюшов, Ю.Б. Клетеник. № 12, с. 13-16.*

Изучено электрохимическое поведение Cu(I) на графитовом индикаторном электроде в растворе совмещенного активирования. Разработан вольтамперометрический метод определения меди как в неразбавленном растворе совмещенного активирования, так и в его пробе, разбавленной хлоридным фоновым раствором. Время одного определения 15-20 мин. Относительное стандартное отклонение для концентраций меди 0,5-2,5 г/л равно 0,02.

«Инверсионная вольтамперометрия меди на обновляемом ртутно-графитовом электроде», *В.А. Тарасова, Ю.Б. Клетеник. № 2, с. 9-11.*

Определены оптимальные условия получения ртутно-графитового электрода в режиме «in situ» на основе механического обновления графитового электрода перед каждым циклом анализа непосредственно в растворе. Отмечены преимущества перемешивания анализируемого раствора в период накопления умеренным потоком воздуха. Показано, что для определения следов меди в различных

стоках ртутно-графитовый электрод обладает преимуществами перед графитовым.

2.2. Спектрофотометрический анализ

«Фотометрический метод оценки термоокислительной стабильности смазочных материалов», *Б.И.Ковальский, Г.Г.Назаров. № 12, с.16-17.* Описан метод исследования термоокислительной стабильности смазочных материалов с применением фотометрии. Показана возможность определения механизма окисления и эффективности антиокислительных присадок в нефтепродуктах с помощью предлагаемого метода.

«Оптимизация условий фотометрического определения алюминия в питьевой воде методами ПИА и НПА», *Л.Н.Москвин, Н.И.Слесарь, А.Л.Москвин, А.В.Мозжухин, В.М.Захаренко. № 3, с.1-5.* Описана методика фотометрического определения алюминия в питьевой воде в режимах проточно-инжекционного и непрерывного проточного анализа. Проведено сравнение реагентов на алюминий двух классов: соединений трифенилметанового ряда и азокрасителей. Гидравлическая схема анализа обеспечивает перевод продуктов гидролиза алюминия в реакционноспособную форму аквакомплексов. Оценены метрологические характеристики методики. Диапазон определяемых концентраций составляет 0,05-0,80 мг/дм³. Предлагаемая методика может применяться для контроля в режиме «on line» и в лабораторных условиях для анализа питьевой воды без предварительной пробоподготовки.

«Особенности проведения анализов проб пыли, выделяющейся при газовой резке металлолома», *Н.В.Дорошенко. № 3, с.13-15.*

Описаны методики исследования химического состава пылей, образующихся при газовой резке металлолома. Рассмотрены некоторые особенности разложения проб и определения Pb, Cr, Fe, Ni в пылях. Разработана методика определения от 0,005 до 0,05 % хрома (VI) в пылях, основанная на измерении интенсивности окраски красно-фиолетового комплекса соединения хрома (VI) с дифенилкарбазидом. Предлагаемые методики могут быть использованы в лабораториях экологии и на предприятиях Вторчермета.

2.3. Атомно-абсорбционный анализ

«Полимерные хелатные сорбенты в анализе природных и технических вод на элементы-токсиканты», *Н.Н.Басаргин, А.В.Дьяченко, И.М.Кутырев, Ю.Г.Розовский, В.А.Голосницкая, Д.Г.Чичуа. № 2, с.1-6.*

Описан экспрессный метод предварительного группового концентрирования, выделения Zn, Pb, Cd, Cu, Ni, Co новым полимерным хелатным сорбентом и атомно-абсорбционного определения этих элементов в элюате на уровне их содержаний в природных и сточных водах $n \cdot 10^{-4} - 10^{-7} \%$ с погрешностью $s_r = 0,04 - 0,06$. Изучены аналитические

и физико-химические характеристики ряда сорбентов и процесса сорбции элементов. Установлена корреляция типа rK_1 ФАГ сорбента - rH_{50} сорбции элемента, позволяющая проводить количественный прогноз. Описан синтез предлагаемого сорбента.

2.4. Люминесцентный анализ

«Хемилюминесцентный метод определения примеси кобальта в сульфате меди (II)», *В.К.Зинчук, М.Я.Франкив. № 1, с.14-15.*

Описан хемилюминесцентный метод определения примеси кобальта в сульфате меди (II), основанный на реакции люминола с дипероксисебаценовой кислотой. Выбраны оптимальные условия протекания реакции и разработана методика хемилюминесцентного определения кобальта ($\geq 4,5 \cdot 10^{-4} \%$ масс.) без предварительного отделения его от основы.

«Новый реагент для экстракционно-флуориметрического определения сурьмы», *Л.А.Григорян, С.А.Аветисян, Р.А.Григорян, А.В.Михайлова. № 2, с.6-8.*

Описаны две методики экстракционно-флуориметрического определения сурьмы (V) с применением акрихина (дигидрохлорид 9-[5'-(диэтиламино)пентил-2'-амино]-2-метокси-6-хлоракридина) в металлическом теллуре и сульфидной руде, основанные на экстракции гидроксидантимоната акрихиния (1:1) из 0,9 М раствора HCl. В качестве экстрагента использован 1,2 дихлорэтан. Фактор извлечения равен 0,96. Предел определения составляет 2 нг/мл. Определению сурьмы (V) мешают Cr(VI), Fe(III), Ti(III), Hg(II) и другие элементы, присутствующие в этой среде в форме анионов.

2.5. Хроматографический и хромато-масс-спектрометрический анализ

«Химические и физико-химические методы анализа», *В.В.Помазанов. № 12, с.1-2.*

Обзор докладов на заседании научного совета РАН по хроматографии, посвященном 125-летию со дня рождения М.С. Цвета: «Ему дано открыть хроматографию, разделяющую молекулы и объединяющую людей».

«Быстрый скрининг проб водных и органических растворов на наличие полихлордифенилоксинов в присутствии хлорорганических пестицидов и полихлорбифенилов на уровне следов», *А.И.Ревельский, Ю.С.Яшин, А.В.Митрошков, О.Г.Ларионов, И.А.Ревельский, М.Г.Лазутин. № 12, с.3-7.*

Описан способ быстрого скрининга проб воды на содержание ПХДД, основанный на микрожидкостной экстракции, хромато-масс-спектрометрическом анализе всего микроэкстракта в режиме химической ионизации с регистрацией CI - масс-хроматограмм. Предлагаемый способ позволяет существенно повысить производительность анализов с одновременным увеличением чувствительности и селективности определения по сравнению с обще-

принятыми методами.

«Газохроматографическое определение хлористого метилена в продуктах реакции прямого синтеза метилхлорсиланов», *Н.Н.Троицкая, Е.О.Ключкова, В.Н.Бочкарев. № 12, с. 7-9.*

Описан быстрый и точный способ определения хлористого метилена в реакционной смеси метилхлорсиланов. Установлено, что при определении хлористого метилена на уровне 0,1 % масс. относительная погрешность составляет +20%.

«Коррозионная устойчивость переносных ионных хроматографов», *О.Н.Обрезков, С.Р.Жуков, О.А.Шпигун. № 12, с. 9-11.*

Исследована коррозионная устойчивость переносных ионных хроматографов ХПИ-1, IC 2000 и IC 2001 по отношению к растворам азотной, этилендиаминтетрауксусной и щавелевой кислот. Установлено сильное влияние материала соединительных трубопроводов на количество металлов, переходящих в раствор.

«Генератор гидроксидного элюента для ионохроматографического определения анионов», *Л.А.Годон, В.С.Гурский, С.В.Тимофеев. № 12, с. 11-13.*

Исследована возможность применения в качестве генератора гидроксидного элюента в анионной хроматографии катионообменных капилляров на основе перфторированных сульфополимеров. Показано, что разработанное устройство позволяет генерировать элюент с концентрацией гидроксида натрия от 0,5 до 60 мМ/л и осуществлять градиентное элюирование с помощью изократического насоса.

«Анализ подземных вод на ионном хроматографе «ЦВЕТ-3006»», *И.П.Вячеславова, Л.А.Клейн, Ш.М.Рахманкулов, Ю.В.Рыдванский, О.Н.Обрезков, О.А.Шпигун. № 3, с. 5-10.*

Рассмотрены примеры использования ионных хроматографов «Цвет-3006» для массового анализа подземных вод на содержание анионов и катионов. Показано, что при анализе анионов методом двухколоночной ионной хроматографии применение отдельных колонок внутренним диаметром 4 мм вместо колонок диаметром 6 мм позволяет сократить продолжительность определения анионов более чем в 2 раза и провести его за 12-15 мин. При этом повышается эффективность разделения анионов и в 2-3 раза снижаются трудозатраты на проведение анализа воды.

«Тест-метод определения ванадия (V) на твердой фазе волокнистых сорбентов», *В.П.Дедкова, О.П.Швоева, С.Б.Саввин. № 3, с. 11-13.*

Описан экспресс-тест определения ванадия на твердой фазе волокнистого материала, наполненного анионообменником АВ-17. Ванадий (V) сорбируют из слабокислой среды в присутствии пероксида водорода и детектируют визуально по реакции с ПАР в 1М HCl при 50-60°C через 5 мин. Методика апробирована на питьевой воде методом добавок.

Диапазон определяемых концентраций 0,02-0,1 мг/л V (V). Продолжительность анализа 5 проб составляет 20-25 мин., погрешность - 20-30 % отн.

2.6. Прочие методы анализа

«Частотный способ контроля концентрации растворов электролитов», *Б.И.Герасимов, Е.И.Глинкин, М.Ю.Сергин, А.В.Кириянов, М.Е.Власов, И.В.Скворцов, С.В.Родина. № 2, с. 11-14.*

Описан новый способ и разработан прибор для контроля концентрации электролитов, обеспечивающий повышение точности в реальных условиях эксплуатации не менее чем в три раза.

3. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Масс-спектрометрический анализ

«Масс-спектрометрическое определение изотопного состава осмия посредством регистрации электроотрицательных ионов OsO_3^- », *А.И.Костянов, Ю.Д.Пушкарев. № 2, с. 24-28.*

Рассмотрены основные методические вопросы определения изотопного состава осмия посредством регистрации электроотрицательных ионов OsO_3^- . Проанализированы различные химические соединения этого элемента: гексахлоросмат, осматы, а также металлический осмий, представленный природными минералами - осмиридами. Установлено, что ведущим механизмом образования электроотрицательных ионов является поверхностная ионизация. Отмечено, что наряду с поверхностной ионизацией некоторая доля ионов может образовываться в результате диссоциативных процессов. Экспериментально показано, что независимо от химической формы образца вариации в отношениях нерадииогенных изотопов осмия не превышают $\pm 0,2\%$ от измеряемой величины при регистрации ионных токов на умножителе и $\pm 0,03\%$ - на коллекторе.

3.2. Рентгенофлуоресцентный анализ

«Рентгенофлуоресцентный и рентгенофлуоресцентный при полном внешнем отражении излучения анализ пленок сегнетоэлектрических сложных оксидов», *В.П.Краснолуцкий, А.А.Бакиров, Г.И.Полуянова, И.Н.Захарченко, В.П.Дудкевич. № 12, с. 24-26.*

Описаны способы рентгенофлуоресцентного и рентгенофлуоресцентного анализа при полном внешнем отражении излучения (РФА-ПВО) сегнетоэлектрических пленок, полученных высокочастотным катодным распылением сегнетокерамик на основе цирконата-титаната свинца. Установлено, что по мере уменьшения толщины пленок их состав приближается к составу мишени. Для пленок толщиной 1-4 мкм наблюдается линейная зависимость между отношением стехиометрических коэффициентов свинца и циркония и отношением интенсивностей их аналитических линий. Полученный результат использован для экспресс-контроля состава пленок в процессе их получения.

«Рентгенофлуоресцентный анализ следов вещества (обзор)», *Б.Д.Калинин, Р.И.Плотников. № 2, с. 16-24.*

Рассмотрены 3 основных случая рентгенофлуоресцентного анализа следов вещества: анализ малых концентраций химических элементов в массивных образцах, тонких слоев (малые поверхностные плотности) и локальный анализ (малые абсолютные количества). Показано, что статистические пределы обнаружения метода в отдельных случаях могут достигать до 10^{-5} - 10^{-6} % по концентрации, 0,1-1 пг/см² по поверхностной плотности и до 1-100 фг по массе. Рассмотрены и обсуждены схемы, реализующие указанные возможности. Результаты расчетов находятся в удовлетворительном соответствии с экспериментальными данными.

3.3. Прочие методы анализа

«Возможности количественного определения кислорода в оксидах методом вторично-электронной эмиссионной», *Ю.Я.Томашпольский, Н.В.Садовская. № 12, с. 18-23.*

Рассмотрены возможности количественного определения кислорода в оксидах методами вторично-электронной эмиссионной в растровом электронном микроскопе. Предпринята попытка систематизации погрешностей в измерениях выхода эмиссии из поверхностного слоя оксидов, в том числе в пленках и слоевых системах. Предложено выражение, связывающее концентрацию кислорода с интенсивностью выхода вторичных электронов через

корректирующую функцию, и учитывающих дополнительную эмиссию и рассеяние вторичных электронов, вариации глубины их выхода и мультислойность объектов. На конкретных примерах даны приближенные оценки влияния инструментальных и физических факторов на точность анализа.

«Количественное определение минерального состава цеолитсодержащих природных сорбентов методом рентгеновской дифрактометрии», *Т.З.Лыгина, С.А.Волкова, В.В.Власов, Н.И.Наумкина, М.Ш.Дрешер. № 12, с.26-29.*

Описана методика рентгенографического определения минеральных фаз в цеолитсодержащих природных сорбентах. Относительные среднеквадратические отклонения не превышают 6,4 % для цеолита, 11,5 % - кальцита, 6,3 % - монтмориллонита, 7,9 % - кварца, 17,7 % - ОКТ-фаз, 12,4 % - слюды.

4. ПРИБОРЫ И УСТРОЙСТВА

«Устройство для предотвращения потерь легколетучих фильтруемых жидкостей», *М.Ф.Кесаманлы. № 2, с. 15.*

При фильтровании сильнолетучих жидкостей целесообразно на часовое стекло, накрывающее воронку, поместить целлофановый мешочек с кусочками льда. В этом случае охлажденная поверхность часового стекла будет служить конденсатором паров фильтруемой жидкости.

* * * * *